

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 36 17 407 A 1**

⑤1 Int. Cl. 4:
A 61 K 7/08

⑳ Aktenzeichen: P 36 17 407.6
㉔ Anmeldetag: 23. 5. 86
㉕ Offenlegungstag: 4. 12. 86

DE 36 17 407 A 1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
03.06.85 US 740 697

⑦1 Anmelder:
Colgate-Palmolive Co., New York, N.Y., US

⑦4 Vertreter:
Frhr. von Uexküll, J., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Graf zu
Stolberg-Wernigerode, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;
Suchantke, J., Dipl.-Ing.; Huber, A., Dipl.-Ing.; von
Kameke, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 2000
Hamburg

⑦2 Erfinder:
Robbins, Clarence R., Piscataway, N.J., US;
Steltenkamp, Robert J., Somerset, N.J., US

⑤4 Verfahren zum Konditionieren von Haar und Haarspülmittel zum Konditionieren

Haar wird konditioniert durch Aufbringen eines haarkonditionierenden Amids (eines Mononeoalkanoamids) von Trialkylelessigsäure (Neoalkansäure), z. B. eines Monoamids eines Mono-N-(höheres)alk(en)ylamins und einer Trialkylelessigsäure mit 5 bis 16 Kohlenstoffatomen, oder eines Polyamids einer Trialkylelessigsäure und eines Polyamins, wobei die Trialkylelessigsäurereste in jedem der Alkyle 1 bis 10 Kohlenstoffatome aufweisen und jeder der Polyaminreste 2 bis 5 Aminogruppen enthält. Das haarkonditionierende Trialkylacetamid wird vorzugsweise auf zuvor naßfeuchtes Haar in wäßriger Lösung, Emulsion, Dispersion oder Suspension aufgebracht, welche in das Haar eingekämmt wird, wonach man das Haar mit Wasser spült, wobei auf diesem eine konditionierende Menge des Trialkylacetamids verbleibt, welches die Kondition des Haares dadurch verbessert, daß es das Wegfliegen verringert, das Naßkämmen erleichtert, das Trockenkämmen erleichtert und/oder den Haarglanz steigert (insbesondere im Vergleich mit dem Glanz, den man bei wiederholter Anwendung von quaternärem Ammoniumhalogenid als Konditionierungsmittel erhält). Obwohl die konditionierenden Substanzen der Erfindung eine wirksame Behandlung des Haares gewährleisten, sich auf dem Haar aus wäßrigen Medien ablagern und eine Konditionierung des Haares bewirken, lassen sie sich von diesem durch übliches Shampooieren entfernen und akkumulieren sich daher nicht auf dem Haar wie die Konditionierungsmittel auf Basis quaternärer ...

DE 36 17 407 A 1

UEXKÜLL & STOLBERG
PATENTANWÄLTE

BESELERSTRASSE 4
D-2000 HAMBURG 52

EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

3617407

DR. J. D. FRHR. von UEXKÜLL
DR. ULRICH GRAF STOLBERG
DIPL.-ING. JÜRGEN SUCHANTKE
DIPL.-ING. ARNULF HUBER
DR. ALLARD von KAMEKE

Prio: 3. Juni 1985
US SN 740 697

Colgate-Palmolive Company
300 Park Avenue

New York, New York 10022

V.St.A.

(22903 ue/1eC/do)

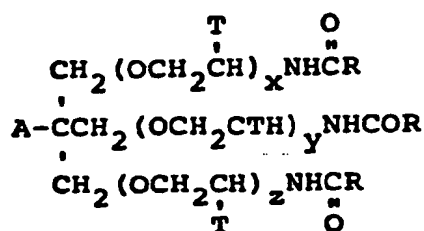
Mai 1986

Verfahren zum Konditionieren von
Haar und Haarspülmittel zum Konditionieren

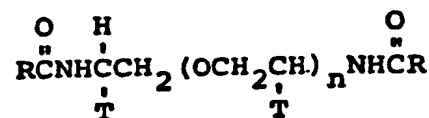
Patentansprüche

1. Verfahren zum Konditionieren von Haar, gekennzeichnet durch Aufbringen einer haarkonditionierenden Menge eines Trialkylacetamids auf das Haar.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zum Aufbringen des Trialkylacetamids das Haar nach dem Shampoonieren mit einer 0,1 bis 5 Gew.-% desselben enthaltenden Lösung, Suspension, Dispersion oder Emulsion in Berührung bringt.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man als Trialkylacetamid ein Monoamid einer 5 bis 16 Kohlenstoffatome aufweisenden Trialkylelessigsäure und eines Mono-N-(höheres)alk(en)ylamins oder ein Polyamid von Trialkylelessigsäure und einem Polyamin anwendet, wobei die Trialkylelessigsäurereste 1 bis 10 Kohlenstoffatome in jedem ihrer Alkyle aufweisen, und wobei jeder der Polyamidreste 2 bis 5 Aminogruppen enthält.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Trialkylacetamid-Lösung, -Dispersion oder -Emulsion wässrig ist, daß das am N befindliche höhere Alk(en)yl des Monoamids 8 bis 20 Kohlenstoffatome aufweist, daß die Summe der Kohlenstoffatome der Alkyle jedes Trialkylelessigsäurerests der Polyamide 3 bis 12 beträgt und der Polyaminrest derselben ein Diamin- oder Triaminrest mit Alkylengruppe(n) aus 2 bis 10 Kohlenstoffatomen und/oder Polyoxyalkylenalkylengruppen, welche die Amidgruppen des Polyamids verbinden, ist, wobei das Oxyalkylen der Polyoxyalkylenalkylengruppen 2 bis 4 Kohlenstoffatome besitzt, wobei die Zahl dieser Gruppen in jeder Polyoxyalkylenalkylengruppe 1 bis 40 beträgt und die Alkylengruppen des Polyoxyalkylenalkylens 1 bis 10 Kohlenstoffatome aufweisen.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das höhere Alk(en)yl des Monoamids linear ist und durchschnittlich 12 bis 18 Kohlenstoffatome aufweist, und daß das Polyamid der Formel



oder



entspricht, worin A Alkyl mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder Wasserstoff ist, T Methyl oder Wasserstoff bedeutet, R ein Trialkylmethyl mit 4 bis 13 Kohlenstoffatomen darstellt, n für 1 bis 40 steht und x, y und z jeweils Zahlen von 1 bis 8 sind und sich zu 4 bis 10 summieren.

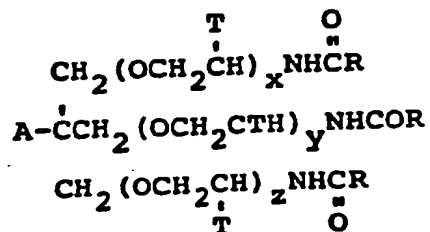
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß man als Trialkylacetamid ein Monoamid von Mono-N-(höheres)alk(en)ylamin mit durchschnittlich 12 bis 18 Kohlenstoffatomen und Trialkylelessigsäure mit 5 bis 10 Kohlenstoffatomen anwendet.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man das Monoamid eines Mono-N-(höheres)alkylamins, in dem das höhere Alkyl durchschnittlich 12 bis 18 Kohlenstoffatome aufweist, und einer 10 Kohlenstoffatome aufweisenden Trialkylelessigsäure (Neodecansäure) anwendet.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Monoamid Cocoalkylneodecanoamid ist.
9. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Monoamid Talgalkylneodecanoamid ist.
10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Haar vor dem Aufbringen des Trialkylacetamids naßfeucht ist, daß das Trialkylacetamid auf das Haar in wässriger Lösung, Emulsion, Dispersion oder Suspension aufgebracht wird, daß das Trialkylacetamid in das Haar eingekämmt und das Haar mit Wasser gespült

wird, wobei auf dem Haar eine konditionierende Menge an Trialkylacetamid verbleibt, welche

- a) die Wegfliegtendenz verringert und/oder
 - b) das Naßkämmen erleichtert und/oder
 - c) das Trockenkämmen erleichtert und/oder
 - d) den Glanz verbessert,
- und welche leicht durch Shampooen entfernenbar ist.

11. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Haar vor dem Aufbringen des Trialkylacetamids naßfeucht ist, daß das Trialkylacetamid auf das Haar in wässriger Lösung, Emulsion, Dispersion oder Suspension aufgebracht wird, daß das Trialkylacetamid in das Haar eingekämmt und das Haar mit Wasser gespült wird, wobei auf dem Haar eine konditionierende Menge an Trialkylacetamid verbleibt, welche
- a) die Wegfliegtendenz verringert und/oder
 - b) das Naßkämmen erleichtert und/oder
 - c) das Trockenkämmen erleichtert und/oder
 - d) den Glanz verbessert, und leicht durch Shampooen entfernenbar ist.

12. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Trialkylacetamid der Formel



anwendet, worin A ein Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeutet, T Methyl ist, R ein Neoalkyl (Trialkylmethyl) von etwa 4 bis 9 Kohlenstoffatomen darstellt, und

x, y und z für Zahlen von 1 bis 3 stehen, welche die Summe von 4 bis 8 ergeben.

13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß in der Polyamidformel A Ethyl bedeutet, R Neoalkyl (Trialkylmethyl) mit etwa 9 Kohlenstoffatomen ist, T Methyl darstellt und x, y und z jeweils für Zahlen von 1 bis 3 stehen, welche eine Summe von durchschnittlich etwa 5,3 ergeben.
14. Haarspülmittel zum Konditionieren von menschlichem Haar durch Verringern des Wegfliegens, Erleichtern des Naßkämmens, Erleichtern des Trockenkämmens und/oder Vermehren des Haarglanzes nach dem Shampooen, gekennzeichnet durch den Gehalt an einer wässrigen Lösung, Emulsion, Suspension oder Dispersion einer geringen Menge eines haarkonditionierenden Trialkylacetamids.
15. Haarspülmittel nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dadurch gekennzeichnet, daß es 0,1 bis 5 % eines Monoamids von Trialkylelessigsäure und einem 5 bis 16 Kohlenstoffatome aufweisenden Mono-N-(höheres)-alk(en)ylamin, oder eines Polyamids von Trialkylelessigsäure und einem Polyamin, in welchem die Trialkylelessigsäurereste in jedem Alkyl 1 bis 10 Kohlenstoffatome haben und die Polyaminreste 2 bis 5 Aminogruppen aufweisen, oder ein Gemisch derselben, in einem wässrigen Medium gelöst, emulgiert, dispergiert oder suspendiert enthält.

16. Haarspülmittel nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Lösung von 0,1 bis 5 % Cocoalkylneodecanoamid und/oder Talgalkylneodecanoamid in einem wässrig alkoholischen Medium ist, welches 10 bis 90 % Wasser und 10 bis 90 % Alkohol aufweist.
17. Haarspülmittel nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Lösung von 0,3 bis 2 % Talgalkylneodecanoamid in einem wässrig alkoholischen Medium ist, welches 60 bis 80 % Ethanol und 20 bis 40 % Wasser enthält.
18. Haarspülmittel nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Lösung von 0,3 bis 2 % Cocoalkylneodecanoamid in einem wässrig alkoholischen Medium ist, welches 60 bis 80 % Ethanol und 20 bis 40 % Wasser enthält.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft das Konditionieren von menschlichem
5 Haar, insbesondere Verfahren zum Konditionieren von Haar
auf dem Kopf, wobei ein haarkonditionierendes Amid von
Trialkylelessigsäure (oder Neoalkansäure), z.B. ein Monoamid
einer Trialkylelessigsäure und eines Mono-N-(höheres)alk(en)-
10 ylamins, oder ein Polyamid einer Trialkylelessigsäure und
eines Polyamins auf das Haar, vorzugsweise als Spülmittel,
aufgebracht wird, welches eine wässrige Lösung, Emulsion,
Dispersion oder Suspension ist, so daß eine konditionieren-
de Menge des Trialkylacetamids auf dem Haar verbleibt.

15

Konditionierende Spülmittel zum Aufbringen auf menschliches
Haar verwendet man seit langem. Vor Jahren hat man Brillian-
tine angewandt, um das Haar glänzend zu machen und später
hat man andere ölige Präparate und Lanolin in Haardressings
20 und Spülmittel eingebaut, um das Haar zu konditionieren.
In jüngerer Zeit hat man quaternäre Ammoniumsalze, die
substantive und antistatische Eigenschaften besitzen,
in Spülmitteln oder Spülungen angewandt, um die Konditionie-
rung von Haar zu verbessern, das häufig nicht zu bändigen
25 ist, sich schwer kämmen läßt und zuweilen nach dem Shampoo-
nieren mit beispielsweise einem Tensid (häufig vom anio-
nischen Typ) glanzlos ist.

Quaternäre Ammoniumhalogenide und andere quaternäre Am-
30 moniumsalze haben zwar ölige Materialien weitgehend als
Konditionierungsmittel in Haarspülungen verdrängt. Diese
"Quats" haben jedoch gewisse Nachteile, welche Anlaß
gaben, nach besseren Konditionierungsmitteln zu suchen.
Quaternäre Ammoniumsalze reagieren, da sie kationisch
35 sind, mit anionischen Substanzen wie anionischen Tensiden.

Die Reaktionsprodukte haben die Tendenz, fett zu sein und unerwünschte Ablagerungen auf dem Haar zu bilden. Auch neigen Quats dazu, sich bei wiederholter Anwendung auf dem Haar aufzubauen oder anzureichern, was unzulässig ist. Diese aufgebauten Ablagerungen quaternärer Verbindungen können bei Umsetzung mit anionischem Tensid, beispielsweise beim Shampooieren, eine fettige Schicht auf dem Haar bilden, die schmutzig aussehen kann. Da sich die quaternären Ammoniumsalze auch mit anionischen Emulgatoren umsetzen, ist die Formulierung von Emulsionen derartiger quaternärer Verbindungen begrenzt. Wegen der erwähnten Nachteile hat man Forschungsprogramme gestartet mit dem Ziel, Materialien zu finden, welche die Quats in Zusammensetzungen zum Konditionieren von Haar, insbesondere Haarspülmitteln, ersetzen können.

Es wurde nun gefunden, daß Amide von Trialkylelessigsäure (Neoalkansäure) und Monoalk(en)ylaminen oder Polyaminen haarkonditionierende Eigenschaften besitzen, die denen von quaternären Ammoniumsalzen wie quaternären Ammoniumhalogeniden häufig gleich oder besser sind und die unerwünschten Eigenschaften dieser Quats nicht zeigen. Die erwähnten Amide von Trialkylelessigsäure sind in US-SN 716 871 und 734508 beschrieben, deren Kenntnis hier vorausgesetzt wird. In diesen US-SN sind Monoamide von Trialkylelessigsäure (oder Neoalkansäure) bzw. Polyamide derselben als neue Verbindungen beschrieben, die sich zum Einbau in Waschmittelzusammensetzungen zum Weichmachen von Wäsche eignen. Obgleich man andere Amide in Haarspülmittel eingebaut hat, konditionieren die Amide der erfindungsgemäßen Spülmittel, welche in den erfindungsgemäßen Verfahren angewandt werden, häufig das Haar besser als derartige andere Amide und sind sogar gleich oder besser als quaternäre Ammoniumhalogenide, was ihr Haarkonditionierungsvermögen wie Verringerung der elektrostatischen oder "Weg-

flieg"-Eigenschaften (flyaway hair characteristics), Verbesserung der Kämmbarkeit von nassem und trockenem Haar und Steigerung des Haarglanzes sowie das Gefühl und der Anschein von Sauberkeit betrifft.

5

4 Aufgabe der Erfindung ist daher, ein Verfahren zum Konditionieren von Haar und ein Haarspülmittel zum Konditionieren von Haar verfügbar zu machen, womit die oben genannten Nachteile vermieden werden.

10

Zur Lösung der Aufgabe wird ein Verfahren zum Konditionieren von Haar vorgeschlagen, das sich dadurch auszeichnet, daß eine das Haar konditionierende Menge eines Amids von Trialkylessigsäure auf das Haar aufgebracht wird.

- 15 Bei diesem Verfahren wird das Amid, ein Trialkylacetamid, vorzugsweise dadurch auf das Haar aufgebracht, daß man das Haar mit einer Lösung, Suspension, Dispersion oder Emulsion in Kontakt bringt, welche 0,1 bis 5 Gew.% des Trialkylacetamids enthält, wobei dieses Aufbringen erfolgt,
- 20 während das Haar naß oder naßfeucht ist, vorzugsweise unmittelbar nach dem Shampooieren des Haars. Bei diesem Verfahren ist das Trialkylacetamid vorzugsweise ein Monoamid einer Trialkylessigsäure mit 5 bis 16 Kohlenstoffatomen und eines Mono-N-(höheres)alk(en)ylamins, oder ein Polyamid
- 25 einer derartigen Trialkylessigsäure und eines Polyamins, wobei die Trialkylessigsäurereste in jedem Alkyl derselben 1 bis 10 Kohlenstoffatome aufweisen und wobei jeder Polyaminrest 2 bis 5 Aminogruppen besitzt. Die Erfindung betrifft außerdem Haarspülmittel zum Konditionieren von menschlichem
- 30 Haar, wobei das Wegfliegen verringert, das Kämmen im nassen und trockenen Zustand verbessert und/oder der Haarglanz nach dem Shampooieren gesteigert wird, welche eine wässrige Lösung, Emulsion, Suspension oder Dispersion einer geringen Menge, beispielsweise 0,1 bis 5 %, eines
- 35 haarkonditionierenden Amids von Trialkylessigsäure enthalten.

Vorzugsweise enthalten solche Haarspülmittel ein Cocoalkylneodecanoamid und/oder ein Talgalkylneodecanoamid in einem wässrig alkoholischen oder wässrigen Medium, doch können auch andere flüssige Zubereitungen wie Emulsionen, Suspensionen und Dispersionen Verwendung finden, vorausgesetzt, daß sie beim Lagern annehmbar stabil sind oder das sich das Amid vor Gebrauch leicht dispergieren läßt.

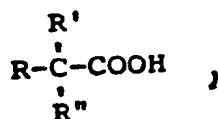
Es ist ein Merkmal der Erfindung, daß die in den beschriebenen Verfahren und Zusammensetzungen zum Konditionieren von Haar angewandten Amide wasserunlöslich sind und gewöhnlich bei normalen Anwendungstemperaturen, z.B. 10° bis 50°C, vorzugsweise 20 bis 40°C, in erwünschtem öligen oder plastischen, fließfähigen oder verteilbaren Zustand vorliegen. Die erfindungsgemäß angewandten Amide lassen sich aus wässrigen Spülmitteln von menschlichem Haar adsorbieren oder in anderer Weise darauf ablagern und sind diesem gegenüber substantiv, sie können aber auch in anderer Weise aufgebracht werden wie als Spray, beispielsweise als wässriger oder nicht wässriger Spray, gegebenenfalls als Aerosol.

Die Anziehungskraft des Haars für die Amide der Erfindung ist vermutlich mehr eine solche auf molekularer Basis als bloßes physikalisches Haften. Bevorzugt gemäß Erfindung angewandte Amide sind höhere Alkyl- und Alkenyl [oder Alk(en)yl]neoalkanoamide von Neoalkansäuren (oder von Trialkylelessigsäuren), deren Säurereste 5 bis 16, vorzugsweise 7 bis 14 Kohlenstoffatome enthalten. Obwohl eine geringe Verzweigung der Kohlenwasserstoffreste unter diesen Umständen annehmbar ist, wird bevorzugt, daß die Alkyl- und Alkenylgruppen im wesentlichen oder in hohem Maß linear, und besonders bevorzugt, daß sie linear sind. Zu den besonders bevorzugten Neoalkanoamiden gehören jene, in denen das Alkyl oder Alkenyl ein höheres ist,

8 bis 20, häufig vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatome aufweist, wie beispielsweise bei Derivaten von Kokosnußöl, Talg oder hydriertem Talg oder anderem Öl oder Fett. Die erwähnten Alkyle werden hier jeweils als Cocoalkyl, 5 Talgalkyl und hydriertes Talgalkyl bezeichnet. Der Gebrauch des Wortes "Alkyl" soll hierbei Kohlenwasserstoffgruppen umfassen, die in geringer Weise ungesättigt sind wie Talgalkyl, das eine geringe Menge eines monoungesättigten $C_{17}H_{33}$ Alkens enthält. Um jegliche Fehlinterpretation 10 zu vermeiden, bezieht sich die Erfindung auf Alk(en)yl, das sowohl gesättigtes als ungesättigtes Hydrocarbyl umfaßt.

Die im Handel erhältliche Neodecansäure liegt in reiner 15 Form und technischer Qualität vor; sie wird durch Umsetzung eines verzweigten Nonens mit Kohlenstoffmonoxid unter hohem Druck bei erhöhter Temperatur in Gegenwart eines wässrigen sauren Katalysators nach der Kochreaktion synthetisiert. Der allgemeine Reaktionsmechanismus beruht darauf, 20 daß ein Carboniumion erzeugt wird, das mit Kohlenstoffmonoxid und dem Katalysator einen Komplex bildet, der anschließend zur Erzeugung der freien Säuren hydrolysiert wird. Die Formel der freien Säure ist

25



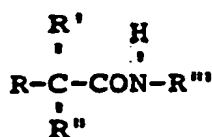
30

worin die Anzahl der Kohlenstoffatome in $R + R' + R'' = 8$; etwa 31 % der Neodecansäure haben eine Struktur, bei der R' und R'' beide Methylreste sind und R ein Hexylrest ist; etwa 67 % besitzen eine Struktur, in der R' Methyl ist, R'' einen Kohlenstoffatomgehalt von mehr als dem des Methyls und weniger als dem von R hat, und R einen Kohlenstoffatomgehalt weniger als dem von Hexyl und größer als dem von R' besitzt; etwa 2 % entsprechen einer Formel, in der R' und R'' beide einen größeren Kohlenstoffgehalt als Methyl und kleineren als dem von R besitzen, und wobei R einen Kohlenstoffgehalt aufweist, der kleiner als der von Hexyl und größer als jene von R' und R'' ist. Die Dissoziationskonstante (K_a) der Neodecansäure liegt bei $4,20 \times 10^{-6}$. Andere Neoalkansäuren, die zur Verfügung stehen und eingesetzt werden können, enthalten 5 bis 16 Kohlenstoffatome wie Neopentan-, Neoheptan-, Neononan-, Neodecan-, Neododecan-, Neotridecan- und Neotetradecansäuren.

Zum Herstellen der erfindungsgemäß eingesetzten Neoalkanoamide kann die Neoalkansäure, z.B. Neodecansäure, direkt mit einem höheren Alkyl- oder Alkenylamin [Alk(en)ylamin] zur Umsetzung gebracht werden, welches vorzugsweise ein lineares primäres Amin, $R''\text{NH}_2$, ist, jedoch auch geringfügig verzweigte Alkyle enthalten kann, bei denen weniger als 10 oder 20 % ihres Kohlenstoffgehalts in Verzweigung(en) vorliegt wie beispielsweise in 2-Methylheptadecyl. Die angewandten höheren Alkylamine und Alkenylamine besitzen normalerweise eine Zahl von Kohlenstoffatomen in dem Bereich von 8 bis 20, häufig vorzugsweise 12 bis 18, können jedoch auch Verbindungen mit mehr oder weniger Kohlenstoffatomen enthalten, vorausgesetzt, daß die hergestellten Amide die erwünschten Eigenschaften wie hier beschrieben zeigen. Zu den besonders bevorzugten Ausgangsaminen gehören Cocoalkylamin, Talgalkylamin (das eine geringe Menge Oleylamin enthält), und hydriertes Talgamin

bzw. Talg(hydriert)amin. Diese Substanzen sind aus pflanzlichen und tierischen Materialien erhältlich, die aus ihnen hergestellten Amide erwiesen sich als ausgezeichnete Haarkonditionierungsmittel, die mit anionischen Tensiden verträglich sind. Ebenfalls bemerkenswert gute Ausgangsamine sind Oleylamin und Octylamin.

Die erfindungsgemäßen Amide, welche die Formel

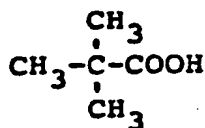


besitzen, kann man durch Umsetzen eines Neoalkanoylchlorids mit einem höheren Alkyl- oder Alkenylamin, $\text{R}'\text{NH}_2$, herstellen. Es ist jedoch weniger kostspielig, Neoalkansäure direkt mit diesem Amin bei erhöhter Temperatur umzusetzen. Die Schmelzpunkte der Produkte sind im allgemeinen niedrig, so daß die Produkte in erwünschter Weise bei Zimmertemperatur oder normalen Verwendungstemperaturen Flüssigkeiten sind. Die Schmelzpunkte der Cocoalkyl-, Talgalkyl- und hydrierten Talgalkylneodecanoamide sind jeweils $< 0^\circ\text{C}$, 15 bis 17°C und 45 bis 49°C , während jene der entsprechenden Octyl-, Oleyl-, Palmityl- und Stearylverbindungen jeweils $< 0^\circ\text{C}$, 5 bis 6°C , 37 bis 38°C und 35 bis 40°C sind. Die Brechungsindices der Cocoalkyl- bzw. Octylneodecanoamide sind 1,4626 bzw. 1,4596. Die Schmelzpunkte der anderen Neoalkanoamide mit 5 bis 16 Kohlenstoffatomen in der Neoalkansäure liegen in dem $< 0^\circ$ bis 50°C Bereich, vorzugsweise sind die Amide bei Temperaturen von 40°C

oder darunter ölige Flüssigkeiten oder plastische oder fließfähige Substanzen.

Obwohl gemäß Erfindung die beschriebenen N-(höheres)alkyl-
5 neodecanoamide die bevorzugte Ausführungsform darstellen, können auch andere stark verzweigte Säuren zum Herstellen der antistatischen höheren Alkylamide verwendet werden. Bei Anwendung von Neopentansäure (sie entspricht der Formel

10



15

zum Herstellen der N-(höheres)alkylneopentanoamide erhält man eine brauchbare haarkonditionierende Wirkung, jedoch nicht bis zu der Größenordnung, wie man sie mit den höheren Alk(en)ylneodecanamiden erzielt.

20

Normalerweise weist die zum Herstellen der haarkonditionierenden Monoamide angewandte Neosäure 5 bis 16, vorzugsweise 7 bis 14 Kohlenstoffatome auf. Derartige Säuren lassen sich bei Anwendung stark verzweigter C₄-C₁₅ oder
25 C₆-C₁₃ Olefine als Ausgangsmaterialien in der beschriebenen Kochreaktion erhalten.

Zusätzlich zu den obigen Monoamiden von Neoalkansäuren sind gemäß Erfindung auch Polyamide von Trialkylessigsäure(n) und Polyamin(en) zum Konditionieren von Haar
30 geeignet, beispielsweise solche, in denen die Trialkylessigsäurereste in jedem der Alkyle (R, R' und R'') 1 bis 10 Kohlenstoffatome enthalten und die Polyaminreste 2 bis 5 Aminogruppen aufweisen. Bevorzugte Polyamide
35 sind solche, in denen die Summe der Kohlenstoffatome

der Alkyle jedes Trialkylelessigsäurerests 3 bis 12 ausmacht und der Polyaminrest ein Diamin- oder Triaminrest ist, der eine Alkylengruppe mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen und/oder Polyoxyalkylengruppe(n) aufweist, welche die

5 Amidgruppen des Polyamids verbinden. In diesen Verbindungen enthält das Oxyalkylen der Polyoxyalkylengruppen 2 bis 4 Kohlenstoffatome, wobei die Zahl dieser Oxyalkylen-

10 1 bis 10 Kohlenstoffatome umfaßt.

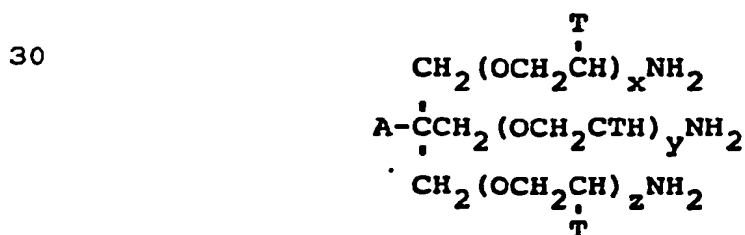
In der vorliegenden Beschreibung werden die verschiedenen Polyamide, Komponentengruppen, Reste, deren Substituenten und die Reaktanten ebenso wie die Bestandteile der haarkon-

15 ditionierenden Zubereitungen wie z.B. der Spülmittel häufig im Singular genannt, doch sollen Gemische derselben ebenfalls umfaßt sein. Wenn die Rede ist von "Neoalkyl" oder "Trialkylmethyl" soll hiermit der "Rest" einer Neo-

20 alkansäure nach Entfernung des Carboxyls verstanden werden.

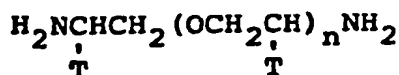
Wie bereits erwähnt, sind die Polyamine vorzugsweise Diamine oder Triamine. Die zur Herstellung der Polyamide gemäß Erfindung angewandten Triamine sind vorzugsweise

25 Alkylenpolyoxyalkylentriamine wie sie von Texaco Chemical Company unter dem Handelsnamen Jeffamin verkauft werden. Von diesen ist Jeffamin T-403, das der Formel



entspricht, worin A = Ethyl, T = Methyl, und $x + y + z = 5,3$, bevorzugt. Die Diamine haben ihre beiden Aminogruppen über einen Alkylenpolyoxyalkylenrest oder niedere Alkylengruppen verbunden. Von den handelsüblichen Diaminen, die Oxyalkylengruppen enthalten, sind die Jeffamine bevorzugt. Ihre Formel entspricht

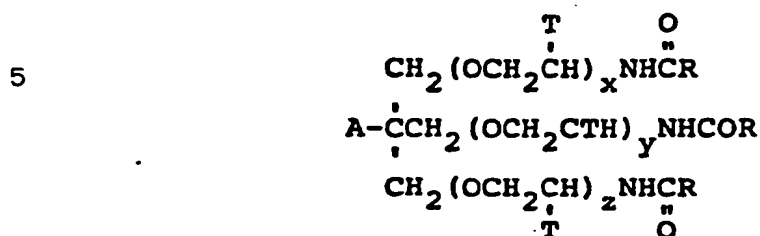
10



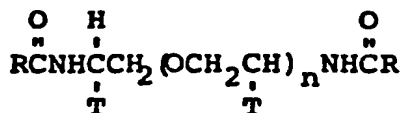
15 In dieser Formel ist T, das bei den Jeffaminen häufig Wasserstoff oder niederes Alkyl bedeuten kann, Methyl, und n liegt in dem Bereich von 2 bis 10, besonders bevorzugt 2 bis 7. Beispiele für solche Verbindungen die angewandt werden können, sind: Jeffamin D-230, worin n durchschnittlich etwa 2,6 ist; Jeffamin D-400, worin n durchschnittlich etwa 5,6 ist; und Jeffamin D-2,000 worin n durchschnittlich etwa 33,1 ist. Von diesen Diaminen ist Jeffamin D-230 am meisten bevorzugt. Beispiele für die nichtalkoxylierten Diamine, die eingesetzt werden können, sind Alkyldiamine mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen wie Ethylendiamin und Hexamethylendiamin.

Anstatt der Neoalkansäuren kann man zum Herstellen der erfindungsgemäßen Monoamide und Polyamide die entsprechenden Säurehalogenide verwenden. Diese Substanzen werden normalerweise als Säurechloride, z.B. Neodecanoylchlorid eingesetzt, das von der Lucidol Division der Pennwalt Corporation erhältlich und in deren Firmenschrift mit dem Titel "Acid Chlorides" (1982) beschrieben ist, die auch allgemeine Reaktionen von Säurechloriden mit Aminen beschreibt.

Die Polyamide, die zur Konditionierung von menschlichem Haar brauchbar sind, besitzen die Formeln:



oder



- 15 worin A Alkyl mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder Wasserstoff bedeutet, T Methyl oder Wasserstoff ist, R ein Neoalkyl mit 4 bis 13 Kohlenstoffatomen darstellt, n für 1 bis 40 steht, und x, y und z jeweils Zahlen von 1 bis 8 sind, deren Summe 4 bis 10 beträgt. Diese Verbindungen können durch Umsetzung eines Neoalkanoylchlorids mit einem geeigneten Polyamin erhalten werden. Wie bei den Monoamiden wird jedoch nach einer weniger kostspieligen Synthese die geeignete Neoalkansäure direkt mit diesem Polyamin umgesetzt. Die Schmelzpunkte der beschriebenen
- 25 Polyamide sind wie die der oben angegebenen Monoamide normalerweise niedrig, so daß die Produkte in erwünschter Weise Flüssigkeiten, vorzugsweise viskose, ölige Flüssigkeiten sind. Ein derartiger physikalischer Zustand ist für primäre und sekundäre Amide mit vergleichbarem oder
- 30 sogar niedrigerem Molekulargewicht unüblich wegen der starken intermolekularen Kräfte, die ein Merkmal der Amidfunktionalität sind. Jedoch wird der viskose ölige flüssige Zustand der erfindungsgemäßen Substanzen als höchst erwünscht angesehen, da man davon ausgeht, daß
- 35 er die Haftung am Haar verbessert (wobei diese Haftung

ORIGINAL INSPECTED

tatsächlich das Ergebnis molekularer Anziehung sein kann) und zu den Konditionierungswirkungen beiträgt. Es ist auch wichtig, daß die Polyamide der Erfindung im wesentlichen wasserunlöslich sind, dabei trotzdem leicht bei

5 normalen Gebrauchstemperaturen für Haarspülungen wie beispielsweise in dem Bereich von 10 bis 50, häufig vorzugsweise 20 bis 45°C, leicht verteilbar sind. Die Wahl der Polyamin- und Neoalkansäurereaktanten ermöglicht somit durch Auswahl solcher Reaktanten, welche erwünschte

10 Mengenteile an hydrophilen und hydrophoben Gruppen aufweisen wie beispielsweise Ethylenoxid und Propylenoxid (oder Butylenoxid), die Steuerung des hydrophil-lipophilen Gleichgewichts des herzustellenden Polyamids und damit die "Feinabstimmung" seiner Wasserunlöslichkeit, damit

15 es ein wirksames Haarkonditionierungsmittel in dem beabsichtigten Verfahren oder Produkt ist.

Von den Polyamiden werden als Konditionierungsmittel für Haar die für am besten gehalten, die aus einer Neoalkansäure wie Neodecansäure und einem Polyoxypropylentriamin

20 wie Jeffamin T-403 hergestellt werden. Andere Jeffamine, z.B. die Jeffamine D-230, D-400 und D-2 000 können zum Herstellen der erfindungsgemäßen Polyamide ebenfalls verwendet werden. Von diesen ist Jeffamin D-230 das beste,

25 offensichtlich, da die anderen Jeffamine Produkte ergeben, die als Haarkonditionierungsmittel wegen ihres höheren Gehalts an Oxypropylengruppen, ihrer höheren Molekulargewichte und des Fehlens an hydrophilen Eigenschaften, welche zur Verringerung ihrer Adsorption an Haar beitragen,

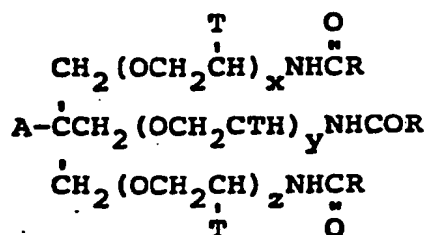
30 weniger wirksam sind. Wenn das Polyamin Ethylendiamin oder Hexamethyldiamin ist, erhält man Haarkonditionierungswirkungen ähnlich denen der anderen Polyamide, doch werden die Ethylen- und Hexamethyldiamide als nicht so wirksame Haarkonditionierungsmittel angesehen wie

35 die Polyamide aus der (den) beschriebenen Trialkylessig-

säure(n) und Jeffamin T-403 oder Jeffamin D-230.

Die zum Herstellen der erfindungsgemäßen antistatischen Polyamide angewandten Jeffaminpolyamine sind in einem Büchlein "JEFFAMINE Polyoxypropylenamines" beschrieben (veröffentlicht von Texaco Chemical Company, copyright 1978 von Jefferson Chemical Company, Inc). Auf den Seiten 2 und 3 desselben sind Formeln dieser Polyamine angegeben, und auf den Seiten 3 und 4 sind typische physikalische Eigenschaften aufgezählt. Anwendungsmöglichkeiten der Jeffamine sind hier ebenfalls beschrieben, vor allem die als Bestandteil synthetischer Harze, wie Epoxidharze und Polyurethane. In einer Bibliographie auf den Seiten 61 bis 64 sind textile Anwendungen der Jeffamine und verwandter Substanzen aufgeführt, ein Hinweis auf eine Anwendung zum Konditionieren von menschlichem Haar findet sich jedoch nicht. Auch wird in keiner der in dem Jeffamin-Büchlein angegebenen Literaturstellen ein Polyamid gemäß Erfindung mit den erwünschten Merkmalen beschrieben oder nahegelegt.

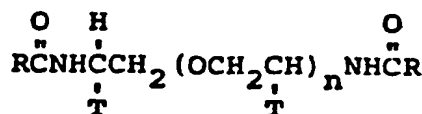
Die in den Verfahren und Zubereitungen der Erfindung brauchbaren Triamide entsprechen der Formel



worin A Alkyl mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder Wasserstoff ist, T Methyl oder Wasserstoff bedeutet, R ein Neoalkyl

mit 4 bis 13 Kohlenstoffatomen darstellt, und x, y und z jeweils Zahlen von 1 bis 8 sind, die zusammen 4 bis 10 ergeben. Vorzugsweise ist A ein Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, T Methyl, R ein Neoalkyl mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen, und stehen x, y und z jeweils für Zahlen von 1 bis 3, die zusammen 4 bis 8 ergeben. Besonders bevorzugt ist, daß A ein Alkyl mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen, T Methyl, R Neoalkyl mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen ist und x, y und z jeweils Zahlen von 1 bis 3, die durchschnittlich zusammen 4,5 bis 6 ergeben, bedeuten. Am meisten bevorzugt ist, daß A Ethyl bedeutet, T Methyl ist, R Neoalkyl mit 9 oder etwa 9 Kohlenstoffatomen darstellt und x, y und z jeweils für Zahlen von 1 bis 3 stehen und zusammen durchschnittlich etwa 5,3 ergeben. Die bevorzugten Diamide gemäß Erfindung besitzen die Formel

20



worin T Methyl oder Wasserstoff bedeutet, R ein Neoalkyl mit 4 bis 13 Kohlenstoffatomen ist und n für 1 bis 40 steht. Bevorzugter ist, daß T für Methyl steht, R Neoalkyl mit 4 bis 9 Kohlenstoffatomen bedeutet und n eine Zahl von 2 bis 10 ist; noch mehr bevorzugt ist, daß T Methyl bedeutet, R Neoalkyl mit 4, 6 oder 9 Kohlenstoffatomen ist, und n für eine Zahl von 2 bis 7 steht. Am meisten bevorzugt ist, daß T Methyl, R ein Neoalkyl mit 9 oder etwa 9 Kohlenstoffatomen und n durchschnittlich etwa 5,6 bedeutet. Andere brauchbare Diamide sind die einer Neoalkansäure mit 5 bis 10 Kohlenstoffatomen mit einem Alkylendiamin mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen. Von

diesen Verbindungen sind N, N'-Ethylen-bis-neodecanamid und N,N'-Hexamethylen-bis -neodecanoamid bevorzugt.

Aus den obigen Formeln und Beschreibungen der Komponenten und Substituenten derselben ist zu ersehen, daß die Aminreste der Monoamine und Polyamine (inklusive Diamine) vollständig in die Amidform übergeführt werden. Obwohl solche Amide stark bevorzugt sind, können auch unvollständig "amidifizierte" Polyamide, die mindestens zu 2/3 amidifiziert sind, als Haarkonditionierungsmittel verwendet werden. Sie mögen einige der nicht erwünschten Eigenschaften quaternärer Ammoniumsalze besitzen insofern, als sie mit anionischen Tensiden reagieren können, doch wird davon ausgegangen, daß diese Reaktion und etwa daraus resultierende unerwünschte Wirkungen häufig tolerierbar sind, da nur eine geringe Menge der reaktiven Aminreste nicht in nichtreaktive Amide übergeführt ist. Auch können jegliche nachteilige Wirkungen aufgrund der Anwesenheit nicht umgesetzter Amingruppen durch Vermischen mit anderen vollständig amidifizierten Haarkonditionierungsmitteln gemäß Erfindung verbessert werden.

Mischungen der Polyamide können in allen erwünschten und wirksamen Mengenverhältnissen angewandt werden. Beispielsweise kann man N,N'-Ethylen-bis-neodecanoamid mit N,N'-Hexamethylen-bis-neodecanoamid vermischen; N,N'-Ethylen-bis-neodecanoamid mit N,N'-Hexamethylen-bis-neopentanoamid vermischen; das Trineodecanoamid von Jeffamin T-403 kann mit dem Dineodecanoamid von Jeffamin D-230 vermischt werden; und das Trineodecanoamid von Jeffamin T-403 kann mit N,N'-Ethylen-bis-neo-decanoamid vermischt werden, um nur einige der möglichen Kombinationen zu nennen. Auch können Kombinationen aus 3 und 4 Polyamiden hergestellt werden. Außerdem können solche Mischungen oder Komponenten derselben mit Monoamiden wie Talgalkylneodecano-

amid vermischt werden, und es können auch Gemische der Monoamide wie 1:1 Gemische von Cokoalkyl- und Talgalkylneodecanoamiden hergestellt werden und erfolgreiche Haarkonditionierungsmittel sein, beispielsweise als wässriges
5 Spülmittel.

Obwohl die gemäß Erfindung angewandten Amide im wesentlichen mit anionischen Substanzen wie anionischen Tensiden, Dispersionsmitteln, Suspensionsmitteln und Emulsions-
10 mitteln nicht reagieren und in Shampoos und Präparate für Spülungen eingebaut werden können, die solche anionischen Substanzen enthalten mögen, können sie auch als Lösungen verwendet werden, in denen solche anionischen Verbindungen gegebenenfalls anwesend oder nicht anwesend
15 sind. Auch können die konditionierenden Amide zusätzlich zu wässrigen und alkoholischen inklusive wässrig alkoholischen Medien, in denen sie gelöst sein können, auf das Haar in verschiedenen nicht wässrigen Medien aufgebracht werden, wie z.B. solchen auf Basis niederer Alka-
20 nole, z.B. Ethanol, niederer Glykole, z.B. Propylenglykol, und Polyole, z.B. Glycerin. In manchen Ausbildungsformen der Erfindung kann das konditionierende Amid auf das Haar direkt aufgebracht werden, ohne daß irgendein anderes flüssiges Medium verwendet wird. In manchen Fällen kann
25 es auf das Haar aufgesprüht oder aufgeschäumt werden, vorzugsweise als wässriger Spray oder als Schaum oder "Aerosol"-Spray oder Schaum aus einem unter Druck stehenden Behälter oder mit Hilfe eines verflüssigten Gases. In allen Fällen ist es bevorzugt, daß das konditionierende
30 Amid auf naßfeuchtes Haar aufgebracht wird, beispielsweise direkt nach dem Shampoonieren, doch kann es auch auf trockenes oder angefeuchtetes Haar aufgebracht werden, auch wenn die Konditionierung oder das Ergebnis der Konditionierung nicht so gut sein mag. Nach dem Aufbringen
35 soll das Amid in das Haar eingekämmt oder eingebürstet werden.

Es ist am meisten bevorzugt, daß man das konditionierende Amid oder Gemisch derselben auf das Haar aus einem wässrigen Spülmittel aufbringt. Ein solches Spülmittel kann jede geeignete Viskosität haben, sogar so eine geringe wie
5 1 c.P.s. (20°C), im allgemeinen liegt sie jedoch in dem Bereich von 500 bis 5000, vorzugsweise 1000 bis 4000 centipoises. Die Viskosität der haarkonditionierenden Zusammensetzung, die vorzugsweise eine verdickte Emulsion, wässrige Dispersion oder wässrig alkoholisches (wässrig
10 ethanolisches oder eine Lösung aus Wasser, Glykol und Alkohol) Spülmittel ist, kann mit Hilfe geeigneter Verdicker wie Laurinmyristindiethanolamid, Natriumcarboxymethylzellulose, Polyvinylalkohol oder Polyacrylamid oder anderer geeigneter nicht störender Gummi- oder Polymerenverdicker eingestellt werden, falls eine solche
15 Einstellung erwünscht erscheint.

Obwohl 100 %iges Monoamid oder Polyamid als Haarkonditionierungsmittel auf das Haar aufgebracht werden und in
20 dasselbe zur Konditionierung gemäß Erfindung eingekämmt werden können, liegt die Konzentration des konditionierenden Amids in dem flüssigen Medium, aus dem es aufgebracht wird, beispielsweise eines wässrigen Mediums, unter 20 %, und zwar in wässrigen, alkoholischen und wässrig alkoholischen Spülmitteln in dem Bereich von 0,1 bis 5, vorzugsweise 0,3 bis 2 und besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 %.
25 Bevorzugte Spülzusammensetzungen, ob Lösungen, Emulsionen, Dispersionen oder Suspensionen, sind im allgemeinen wässrig manchmal kann es erwünscht sein, daß sie wässrig alkoholisch
30 sind. In solchen vorwiegend wässrigen Medien liegt der Wassergehalt im allgemeinen in dem Bereich von 50 bis 99, vorzugsweise 80 bis 98 und besonders bevorzugt 90 bis 97 %. Bei wässrig alkoholischen Medien liegt der Alkohol(Ethanol)gehalt gewöhnlich bei 10 bis 90, vorzugsweise 60 bis 80 und besonders bevorzugt etwa 70 %, der
35

Wassergehalt bei 10 bis 90, vorzugsweise 20 bis 40 und besonders bevorzugt etwa 30 %.

Die erfindungsgemäßen haarkonditionierenden Amide sind
5 ausreichend substantiv gegenüber menschlichem Haar und werden auf dessen Oberflächen beim Aufbringen aus flüssigen Medien, z.B. wässrigen Medien, adsorbiert. Obwohl es substantiv ist, wird nicht das gesamte konditionierende Amid bei einer normalen Spülung bzw. bei normalem Aufbrin-
10 gen durch Spülen an dem Haar gehalten. Normalerweise ist es erwünscht, zum Aufbringen auf das Haar etwa 0,1 bis 1,5 Gew.% des konditionierenden Amids, bezogen auf das Gewicht des Haares, auf das es aufgebracht werden soll, verfügbar zu haben. Vorzugsweise liegt dieses Verhält-
15 nis in dem Bereich von 0,02 bis 0,8 %, besonders bevorzugt bei 0,1 bis 0,5 %. Das Gewicht des angewandten Spülmittels, bezogen auf das Gewicht des behandelten Haares, beträgt normalerweise 1 bis 150, vorzugsweise 2 bis 80 und besonders bevorzugt 10 bis 50 %.

20 Die Temperatur, bei welcher das Haar mit den erfindungsgemäßen Amiden behandelt und konditioniert wird, liegt gewöhnlich in dem Bereich von 10 bis 50, vorzugsweise 20 bis 45, besonders bevorzugt 25 bis 45, z.B. bei etwa
25 40°C. Dies sind die Temperaturen des Wassers (im allgemeinen Spülwasser zum Entfernen des Shampoos), das angewandt wird, um das Haar vor dem Aufbringen des haarkonditionierenden Mittels naß zu machen sowie die des Spülwassers zum Entfernen der konditionierenden Haarspülung.
30 Bei diesem Wasser handelt es sich normalerweise um Leitungswasser, das vorzugsweise eine relativ geringe Härte besitzt, beispielsweise 0 bis 100 ppm, als Calciumcarbonat, obwohl Wasser mit größeren Härten, beispielsweise 250 ppm, ebenfalls verwendet werden kann. Außerdem ist es
35 erwünscht, daß der gesamte Salzgehalt des Wassers geringer

als 500 ppm und vorzugsweise geringer als 200 ppm ist.

Normalerweise werden die in den Verfahren der Erfindung angewandten haarkonditionierenden Amide auf "lebendes"

- 5 Haar auf dem menschlichen Kopf unmittelbar nach dem Shampoo-
nieren und Spülen des Haares aufgebracht. In diesem Zu-
stand tendiert das von Schmutz und Öl gereinigte Haar
dazu, rauh (raspy) und sowohl in nassem als auch feuchten
Zustand schwer kämmbar zu werden. Es neigt auch dazu,
10 elektrostatische Ladungen zu akkumulieren, wodurch es
schwierig wird, das Haar zu bändigen und die typische
Erscheinung des "sich Sträubens" oder "Wegfliegens" (fly-
away) verursacht wird. Häufig hat das Haar, obwohl es
sauber ist, an Schimmer oder Glanz beim Shampooen
15 verloren. Durch Behandeln des Haars mit den konditionieren-
den Amid en der erfindungsgemäßen Verfahren wird eine
"Beschichtung" solchen Amids auf dem Haar gehalten,
welche das Haar schmiert und es sowohl in nassem als
auch trockenem Zustand leichter kämmbar macht. Eine solche
20 Beschichtung an substantivem Amid verbessert auch den
Haarglanz und verringert die Wegflieg- Tendenz, wodurch
das Haar besser dirigierbar und leichter zu kämmen oder
in die gewünschte Form zu bringen ist.
- 25 Zusätzlich dazu, daß die erfindungsgemäßen Konditioniermit-
tel die Eigenschaften des Haares verbessern, sind sie
auch mit den meisten in Shampoos angewandten Reinigungs-
mitteln verträglich. So reagieren sie nicht in nachteili-
ger Weise mit anionischen Tensiden und beeinträchtigen
30 damit nicht die Reinigung des Haares durch Shampoos auf
Basis solcher Tenside. Sie bilden keine unerwünschten
unlöslichen Produkte durch Reaktion mit solchen Tensiden.
Somit sind die erfindungsgemäßen Verfahren und Zusammen-
setzungen geeignet zur Konditionierung von menschlichem
35 Haar, ohne daß es zu unerwünschten Reaktionen kommt,

die Begleiterscheinungen anderer Konditionierungsmittel sind wie solcher auf Basis quaternärer Ammoniumhalogenide. Ein anderer signifikanter Vorteil der erfindungsgemäßen Verfahren und Zusammensetzungen besteht darin, daß die

5 konditionierenden Amide leicht von dem Haar durch bekannte Shampoos, und zwar sowohl anionische als auch nichtionische entfernenbar sind, so daß unzulässige Anhäufung von Konditionierungsmittel leicht vermieden wird. Außerdem sind die erfindungsgemäßen Verfahren und Zusammensetzungen in

10 vielen Fällen in ihrem Konditionierungsvermögen jenen überlegen, in denen quaternäre Ammoniumhalogenide angewandt werden oder anwesend sind.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung erläutern.

15 Wenn nicht anders angegeben sind alle Teile Gewichtsteile und die Temperaturen in °C.

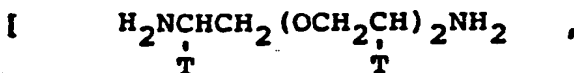
B

Beispiel 1

20 Monoamide und Multiamide (oder Polyamide) von Decansäure wurden in geeigneten wässrig alkoholischen Medien zum Auflösen der jeweiligen Amide gelöst und auf ihre Konditionierungswirkungen hin untersucht. Bei den getesteten

Amiden handelte es sich um Cokoalkylneodecanoamid, Talg-

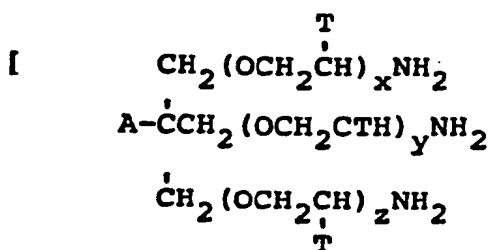
25 alkylneodecanoamid, das Diamid von Jeffamin D-400



30

worin T Methyl ist und n für 5,6 steht] und Neodecansäure, und das Triamid von Jeffamin T-403

35



- 10 worin A = Ethyl, T = Methyl und $x + y + z = 5,3$] und Neodecansäure. Die Amide wurden durch Umsetzung von etwa stöchiometrischer Mengen von Neodecansäure oder Neodecanoylchlorid mit dem geeigneten Amin, wie oben beschrieben hergestellt. Die verschiedenen hergestellten konditionie-
- 15 renden Lösungen (Spülungen) können enthalten:
- a) 1 g Cokoalkylneodecanoamid, 66 g Ethanol und 33 g Wasser;
 - b) 1 g Talgalkylneodecanoamid, 82 g Ethanol und 17 g Wasser;
- 20 c) 1 g J-DEC (Diamidkondensationsprodukt von Jeffamin D-400 und Neodecansäure), 50 g Ethanol und 49 g Wasser; und
- 25 d) 1 g TRI-DEC (Triamidkondensationsprodukt von Jeffamin T-403 und Neodecansäure), 60 g Ethanol und 39 g Wasser.

Für Vergleichszwecke wurde auch eine Lösung aus 1 g SAC (Stearalkoniumchlorid), 29 g Ethanol und 70 g Wasser

30 bereitet. In allen Fällen war das angewandte Wasser entmineralisiert und waren die Lösungen bei Zimmertemperatur, 23°C.

In den Tests zur Beurteilung der Haarkonditionierung

35 durch Bestimmen des Verhaltens beim nassen Kämmen, trockene-

nen Kämmen und der Wegfliegeigenschaften der konditionierenden Detergenzien wurden Proben langen menschlichen Haars mit einem Gewicht von jeweils 3 g unter Leitungswasser von 41°C naß gemacht. Verschiedene Haarproben wurden

5 jeweils mit 1,75 g einer der Amidlösungen behandelt. Die Lösung wurde in die Haarprobe eingerieben und mit 20 Kämmstrichen durchgekämmt, wonach man die Haarprobe mit 41°C warmem Leitungswasser (einer Härte von etwa 100 ppm als Calciumcarbonat) während 15 Sekunden spülte,

10 mit weiteren 10 Kämmstrichen kämmte und zur Bewertung beiseite legte. Eine Vergleichshaarprobe wurde mit einem Shampoo auf Basis von Natriumlaurylsulfat shampooiert und gespült und ebenfalls auf ihre Konditioniereigenschaften geprüft. Die Vergleichshaarprobe war im nassen Zustand

15 am schwierigsten zu kämmen, die mit TRI-DEC und J-DEC Lösungen behandelten waren weniger schwierig naß zu kämmen (die J-DEC war leichter zu kämmen als die TRI-DEC) und die mit SAC behandelte war beträchtlich leichter zu kämmen als die mit J-DEC. Die CO-DEC Haarprobe war viel leichter

20 naß zu kämmen als die SAC Haarprobe und die T-DEC Haarprobe war naß am leichtesten von allen zu kämmen.

Nachdem die Haarproben getrocknet waren, wurden sie gekämmt und die Rangfolge der Leichtigkeit des Kämmens wie folgt

25 festgestellt:

T-DEC > CO-DEC > SAC > J-DEC > TRI-DEC > SLS. Die Handhabbarkeit oder Dirigierbarkeit (Gegenteil des "flyaway") der Haarproben wurde ebenfalls beobachtet. Die Rangfolge der Handhabbarkeit war T-DEC > CO-DEC = J-DEC > SAC >

30 TRI-DEC > SLS.

Zwischen den mit SAC und DEC behandelten Haarproben wurden nach einmaliger Behandlung keine Glanzunterschiede festgestellt. Nach drei Behandlungen mit 0,5 % der CO-DEC bzw. T-DEC und SAC enthaltenden Spülmittel und wässrigen 10 %igen Triethanolammoniumsulfatshampoos zwischen den Behandlungen waren die amidbehandelten Haarproben glänzender, offensichtlich aufgrund unerwünschten Aufbaus eines Reaktionsproduktes des SAC mit dem anionischen Tensid des Shampoos. Auch verblieb beim Shampooieren wenig Amid auf dem Haar, wogegen die mit SAC behandelte Haarprobe nicht so gut gereinigt war und das erwähnte Reaktionsprodukt aufwies.

In einem weiteren Versuch, bei dem die Monoamide und SAC (zum Vergleich) in einer Konzentration von 0,5 % in den beschriebenen wässrig alkoholischen Medien angewandt wurden, waren die CO-DEC und T-DEC Haarproben etwa gleich oder besser als die SAC Haarprobe, was die Leichtigkeit des Naßkämmens betrifft (in Tests mit einfacher Anwendung).

Die amidbehandelten Haarproben gemäß Erfindung waren im Vergleich mit den shampooierten Kontrollhaarproben auch hinsichtlich anderer erwünschter Haarkonditionierungseigenschaften beträchtlich verbessert. Sie waren leichter zu bändigen oder zu dirigieren (weniger dem Fliegen oder Wegfliegen unterworfen), leichter trocken zu kämmen, und besaßen besseren Glanz (Schein oder Schimmer). Im Vergleich mit den SAC behandelten Haarproben erschienen die amidbehandelten Haarproben glänzender oder mehr schimmernd. Ferner fühlten sich bei zweimaliger Wiederholung der Behandlungen, wobei zwischen den Spülbehandlungen mit einem Natriumlaurylsulfatshampoo shampooiert wurde, die amidbehandelten Haarproben reiner an, offensichtlich weil sie keine Amidanhäufung enthielten, wogegen die SAC behandelten Haarproben eine Anhäufung des Reaktionsproduktes von Stearalkoniumchlorid und dem anionischen Tensid

des Shampoos enthielten.

Beispiel 2

5 Bei Herstellung von wässrig alkoholischen Lösungen wie
denen von Beispiel 1, wobei jedoch 0,2, 0,5, 1 bzw. 2 %
hydriertes Talgalkylneodecanoamid, Cokoalkylneopenta-
noamid, Oleylneodecanoamid, Octylneodecanoamid, Palmitylneo-
10 decanoamid und gemischte C₁₂₋₁₄ Alkylneodecanamide (Neodecan-
amid mit Gemisch an C₁₂₋₁₄ Alkylen) verwendet wurden,
waren die Lösungen (Spülmittel) zufriedenstellende Haarkon-
ditionierungsmittel. Diese Amide wurden in der in der Beschrei-
bung zuvor angegebenen Weise hergestellt und soweit wie
15 möglich in 70:30 oder 50:50 Ethanol:Wasser als Lösungsmit-
telmedium gelöst. Haarproben wie in Beispiel 1 be-
schrieben, wobei jedoch für jeden Behandlungstyp sowohl
gebleichtes als auch ungebleichtes Haar in getrennten
Haarproben angewandt wurde, wurden in der in Beispiel
20 1 beschriebenen Weise mit den verschiedenen erwähnten
Lösungen behandelt und auf die ihnen durch diese Lösungen
vermittelten Konditionierungseffekte geprüft. Alle erwähn-
ten Amide konditionieren das Haar, obgleich die Neopentano-
amide weniger wirksam als die Neodecanoamide sind
und die Neoheptanoamide wirkungsmäßig dazwischen liegen.
25 Auch konditionieren die Konditionierspülungen mit einem
höheren Prozentgehalt an Amiden besser. Obwohl alle Amide
das Haar konditionieren und alle besser sind als das
Vergleichsshampoo im Hinblick auf Naßkämmen, Trockenkämmen
und Dirigierbarkeit nach der Behandlung, sind sie auch
30 nach wiederholten Behandlungen bei abwechselndem Shampoo-
nieren mit Triethanolammoniumlaurylsulfat (TEALS) Shampoos
besser als SAC, was den Glanz und das Reinheitsgefühl
betrifft. Die erfindungsgemäßen Neoalkanoamide besitzen
signifikante Vorteile gegenüber konditionierenden Agenzien
35 und Spülmitteln auf Basis quaternärer Ammoniumsalze bei

Anwendung wiederholter Behandlungen, sowohl was den Glanz als auch das Reinheitsgefühl.

betrifft, selbst wenn sie den Quat-Spülmitteln hinsichtlich den Eigenschaften wie Naßkämmen, Trockenkämmen oder Dirigierbarkeit nicht überlegen sein sollten.

Beispiel 3

Bei Wiederholung der Versuche von Beispiel 1 mit anderen Polyamiden anstelle der in Beispiel 1 beschriebenen erhielt man ähnliche Konditionierungsergebnisse. Die anstelle der in Beispiel 1 angewandten Amide umfassen Neodecanoamide von Jeffamin D-230, Jeffamin D-2000, Ethylendiamin und Hexamethylendiamin und die Neoheptanoamide von Jeffamin T-403, Jeffamin D-230, Jeffamin D-400 und Jeffamin D-2000. Diese Polyamide wurden in einer Konzentration von 0,5 % in 70:30 Ethanol:entmineralisiertes Wasser als Lösungsmittelmedium angewandt. Die Behandlungen waren die von Beispiel 1, und zwar sowohl mit gebleichten als ungebleichten Haarproben, um die tatsächliche Anwendung der konditionierenden Haarspülungen zu simulieren. Alle Lösungen und Behandlungen bewirkten eine Konditionierung des Haares, wobei eine Verbesserung des Naß- und Trockenkämmens, Verringerung des Wegfliegens und Steigerung des Glanzes gegenüber dem Vergleichsversuch (dem gleichen wie in Beispiel 1) erzielt wurde. Außerdem waren alle Amide leicht durch normales Shampooieren von dem Haar entfernbare, so daß nennenswerter Aufbau auf dem Haar, der das Haar fett und nicht so rein wie gewünscht erscheinen läßt, vermieden werden konnte.

Beispiel 4

Die Versuche der Beispiel 1 bis 3 wurden wiederholt, wobei wässrige Dispersionen der verschiedenen beschriebenen

Amide in warmem Wasser (etwa 40°C) angewandt wurden.

Die konditionierenden Wirkungen der in den vorstehenden Beispielen beschriebenen Art waren ebenfalls erzielbar.

- 5 Jedoch ist es bevorzugt, 0,3 bis 0,5 % der Amide in Wasser anzuwenden und ausreichend Spülmittel einzusetzen, um eine konditionierende Menge (etwa 0,5 bis 1 % des Haargewichtes) auf der Haarprobe abzulagern, damit jegliche Ablagerung von Amid-Tröpfchen oder -Teilchen auf dem
- 10 Haar verringert wird und damit die molekulare statt des Macroablagerung begünstigt wird.

Beispiel 5

- 15 Es wurde ein Gemisch gleicher Teile Cokoalkylneodecanoamid und Talgalkylneodecanoamid hergestellt und in einem 70:30 Alkohol:Wasser Lösungsmittelmedium unter Bildung einer Spüllösung gelöst, die 0,6% der Gesamthaarmenge an konditionierenden Amiden enthielt. In der in Beispiel
- 20 1 beschriebenen Weise wurden hiermit Haarproben behandelt. Die erhaltenen Ergebnisse entsprechen denen von Beispiel 1, wobei die Haarproben, die mit dem Amidgemisch behandelt wurden, hinsichtlich der Leichtigkeit des Naßkämmens, Leichtigkeit des Trockenkämmens und der Handhabbarkeit
- 25 (weniger Wegfliegen) besser als die mit Stearalkoniumchlorid behandelten und besser als die SLS Vergleichsprobe waren. Auch waren die behandelten Haarproben nach wiederholten Behandlungen mit den konditionierenden Agenzien und Shampooieren mit TEALS Shampoo glänzender als das
- 30 mit SAC Spülung behandelte Haar. Außerdem wurde bestätigt, daß sich die Neodecanoamide leicht durch übliches Shampooieren entfernen lassen, was bei SAC nicht der Fall ist, offensichtlich weil es mit dem Tensid ein haftendes und unlösliches Reaktionsprodukt bildet.

Beispiel 6

Wenn man die verschiedenen Alkanoamide der vorhergehenden Beispiele anstatt in wässrigem oder wässrig alkoholischem
5 oder anderem Lösungsmittel oder Suspensionsmittel direkt auf das Haar als Flüssigkeit aufbringt (diejenigen, die bei Zimmertemperatur oder der Anwendungstemperatur in flüssigem Zustand sind), lassen sich konditionierende Wirkungen erzielen. Das Aufbringen erfolgt hierbei mit
10 einem unter Druck stehenden Zerstäuber oder Spray, beispielsweise einem Amtomisorator oder aus einer Aerosolzusammensetzung, wie sie durch Auflösen des Amids in einem Aerosoltreibmittel hergestellt wird, beispielsweise als
15 50:50 Gemisch der Treibmittel 11 und 12 oder anderer geeigneter Aerosoltreibmittel. Es kann auch als Schaum aus einem unter Druck stehenden Spender abgegeben werden. Bei einer derartigen Anwendung löst man 1 Teil Talgalkylneodecanoamid in dem Treibmittel auf und sprüht auf das Haar mit etwa 25 Teilen Ethanol oder wässrigem Ethanol
20 (um Verlust an Amid durch übermäßiges Versprühen zu verhindern) oder man verteilt es auf dem Haar als Schaum. Das Amid wird dann durch das Haar gekämmt und das Haar wird wie in Beispiel 1 gespült. Die behandelten Haarproben sind ausreichend konditioniert und einer Vergleichsprobe
25 und mit SAC behandeltem Haar hinsichtlich der verschiedenen in Beispiel 1 erwähnten Konditionierungseigenschaften überlegen.

Beispiel 7

30

Bei Wiederholung der Versuche der Beispiele 1 bis 6 unter Variieren der Mengen der verschiedenen Komponenten der Spülmittel und anderen Zubereitungen um ± 10 , ± 20 und $\pm 30\%$ innerhalb der in der Beschreibung angegebenen Bereiche

35

an Mengen und Prozentsätzen sowie bei Anwendung anderer der beschriebenen Amide in anderen Haarpräparaten als Haarspülmitteln wie Gelen, Spray's, Cremes (Mousses), Schäumen, Kämmen (zum Verteilen des konditionierenden 5 Agens) oder in Shampoos, Dauerwell- und Haarfärbepreparaten, erhielt man ebenfalls vorteilhafte konditionierende Effekte gegenüber Vergleichsprodukten, indem Glanz und scheinbare Reinheit signifikant verbessert sind im Vergleich mit ähnlichen Präparaten auf Basis von Stearalkoniumchlorid 10 als haarkonditionierendem Agens oder anderen quaternären Ammoniumhalogeniden wie Distearylldimethylammoniumchlorid, Cetyltrimethylammoniumbromid oder Laurylmyristyldimethylammoniumchlorid.